第 51 卷 第 10 期 2015 年 10 月 第1191-1206页
金属学报 ACTA METALLURGICA SINICA
Vol.51 No.10 Oct. 2015 pp.1191-1206

一种高性能航空涡轮盘用铸锻合金的研究进展*

谷月峰 [1)] 崔传勇 [1,2)] 袁 勇 [1,3)] 钟志宏 [1,4)]

1) National Institute for Materials Science, Tsukuba, 305-0047, Japan
2) 中国科学院金属研究所, 沈阳 110016
3) 西安热工研究院有限公司, 西安 710032
4) 合肥工业大学材料科学与工程学院, 合肥 230009

摘 要 针对航空涡轮盘用先进铸锻变形高温合金热加工难、承温能力低于680 ℃ (630 MPa, 1000 h持久寿命)、难以满足现代航空发动机设计需求等不足, 提出了优化析出强化相成分和引入微孪晶以提高合金中温区 (合金服役温区) 强度、同时减弱析出相高温强化效果和固溶温度以降低合金高温区 (合金加工温区) 强度的理念, 设计并制备出系列Ni-Co基铸锻高温合金(TMW 合金). 设计合金盘坯(直径440 mm, 厚65 mm)的制备和性能测试表明, TMW合金可在常规熔铸和锻造设备上热加工制备, 承温能力超过700 ℃, 比目前最强的商用铸锻涡轮盘合金U720Li提高了50 ℃以上. 从TMW合金的设计思想、成分特点、锻造加工性、组织控制、性能特征和变形强化机理等方面, 简要介绍了这种高性能铸锻变形高温合金的主要研究进展.

关键词 铸锻高温合金, TMW合金, 合金设计, 组织控制, 变形机理
中图法分类号 TG146.1 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2015)10-1191-16

RESEARCH PROGRESS IN A HIGH PERFORMANCE CAST & WROUGHT SUPERALLOY FOR TURBINE DISC APPLICATIONS

GU Yuefeng [1)], *CUI Chuanyong* [1,2)], *YUAN Yong* [1,3)], *ZHONG Zhihong* [1,4)]
1) National Institute for Materials Science, Tsukuba, 305-0047, Japan
2) Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016
3) Xi'an Thermal Power Research Institute Co., Ltd., Xi'an 710032
4) School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009
Correspondent: GU Yuefeng, professor, Tel: 81-29-8592557, E-mail: Gu.Yuefeng@nims.go.jp; CUI Chuanyong, professor, Tel: (024)83978292, E-mail: chycui@imr.ac.cn
Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51171179, 51271174, 51331005, 51401071 and 11332010)
Manuscript received 2015-08-14, in revised form 2015-09-02

ABSTRACT The advanced cast & wrought (C&W) superalloys for turbine disc applications have low temperature bearing capacity and poor processing ability compared with the powder metallurgy (PM) superalloys. Recently, a new kind of C&W Ni-Co base disc superalloys, named as TMW alloy, has been developed on the basis of an innovative concept. Full-scale pancakes (440 mm in diameter and 65 mm in thickness) with an average grain size of about 10 μm were successfully manufactured by a conventional C&W processing route. TMW alloys can provide 58~76 ℃ temperature advantages over alloy U720Li in 0.2% creep strain life under 630 MPa and are comparable with the advanced PM disc superalloys. In this work, the alloy design, preparation processing capacity, micro-

*国家自然科学基金项目51171179, 51271174, 51331005, 51401071和11332010资助
收到初稿日期: 2015-08-14, 收到修改稿日期: 2015-09-02
作者简介: 谷月峰, 男, 1963年生, 研究员, 博士
DOI: 10.11900/0412.1961.2015.00442

structural control, performance characteristics and deformation strengthening mechanisms were briefly introduced.

KEY WORDS cast & wrought supralloy, TMW alloy, alloy design, microstructure control, deformation mechanism

航空发动机涡轮盘是固定涡轮叶片、利用叶片从燃气中获得能量并通过轴去推动风扇、压气机和发动机高速旋转的发动机热端核心部件. 随着高性能发动机对提高推重比(推力/重量, thrust weight ratio, TWR)和降低耗油率(单位耗油量, specific fuel consumption, SFC)的持续要求, 发动机涡轮前燃气温度(turbine inlet temperature, TIT)已由上世纪四十年代的约800 ℃发展到现在的近1700 ℃, 预期未来推重比为20的发动机将会超过1900 ℃[1,2]. 因此, 涡轮盘合金的承温能力也由550 ℃提高至现在的700 ℃, 预期未来将会超过800 ℃ (表1[1,2]).

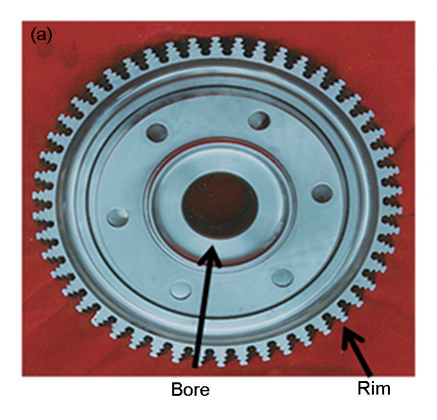
现代航空发动机对涡轮盘合金的基本要求主要包括: (1) 高耐热性能和组织稳定性; (2) 高比强度; (3) 高蠕变抗力和持久寿命; (4) 良好的低周疲劳性能; (5) 较低的疲劳裂纹扩展速率; (6) 较低的制造成本. 由于涡轮盘结构复杂, 在高温工作环境下需承受较高的轮缘载荷(涡轮叶片的离心负荷)、复杂应力(机械应力和热应力等)和温差等(轮缘和轮毂服役时的相对温度和应力分布如图1[3]所示). 由于涡轮盘用高温合金的设计必须同时考虑合金的多样化性能需求, 协调处理好性能、组织和制备工艺之间的关系, 因此其发展提高比涡轮叶片合金要缓慢得多.

图2[4]总结了上世纪50年代以来涡轮盘用高温合金承温能力(630 MPa, 1000 h持久寿命)的发展历程[4]: 以U720Li和In718Plus为代表的商用铸锻(C&W)变形高温合金的承温目前不超过680 ℃[5,6]; 以ME3 (Rene104)和LSHR为代表的粉末(PM)变形高温合金的承温不超过730 ℃[7]. 值得注意的是, 日本国立材料科学研究所(NIMS)最近研发的新型Ni-

表1 发动机涡轮前和涡轮盘缘温度的发展[1,2]

Table 1 Temperature development of turbine inlet and disc alloy[1,2]

Parameter	Decade	Thrust-weight ratio	Turbine inlet temperature / ℃	Turbine disc temperature / ℃	Disc alloy
1st generation aero-engine	1940~1950	2~4	825~1025	550	Heat-resistant steel
2st generation aero-engine	1950~1960	4~6	1025~1225	600	High-temperature alloy
3st generation aero-engine	1960~1980	7~8	1550~1700	650	Wrought superalloy
4st generation aero-engine	1980~date	9~10	1550~1700	700~750	Powder/fibre-reinforced wrought superalloy
5st generation aero-engine	Future	15~20	1900~2050	780~950	-



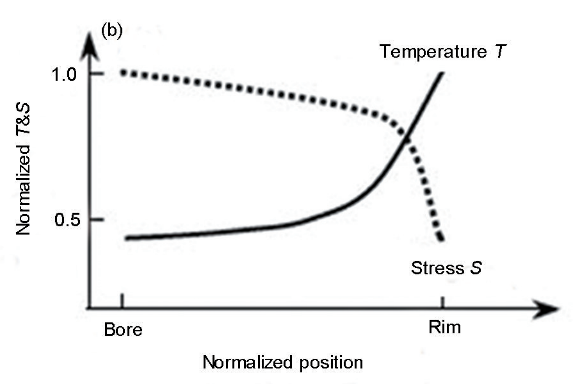


图1 涡轮盘的宏观形貌和服役时的相对温度和应力分布[3]

Fig.1 Macro-morphology of turbine disk (a) and relative temperature and stress distributions during service (b)[3]

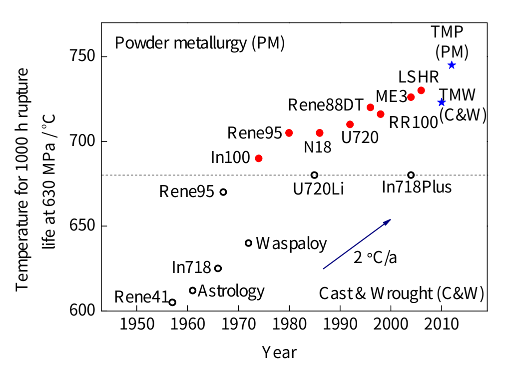


图2　涡轮盘用变形高温合金承温能力的发展过程[4]

Fig.2　History of improvement in temperature capability of superalloys for turbine disc[4]

Co基铸锻高温合金(TMW合金)的承温能力可达725 ℃, 接近最强商用粉末变形高温合金的水平.

本文从TMW合金的设计思想、成分特点、锻造加工性、组织控制、性能特征和变形强化机理等方面, 简要介绍这种高性能铸锻变形高温合金的主要研究进展.

1　合金设计

按制备工艺, 涡轮盘用合金可分为铸锻变形合金和粉末变形合金2类. 铸锻变形合金制备工艺简单、成本低, 但变形难度大、组织均匀性差、综合性能提高难, 这主要是由于铸锻变形合金熔炼铸锭后需通过适当的热变形和后续处理才能获得具有较好综合性能的微观组织, 但析出强化相体积分数过高(大于50%)或添加过多固溶强化元素, 会使合金铸锭组织不均匀、热加工窗口变窄、难于热变形. 因此, 铸锻变形高温合金设计时所能采用的固溶和析出强化程度有限, 合金的承温能力始终无法超过700 ℃ (630 MPa, 1000 h持久寿命). 具有更高承温能力的涡轮盘合金目前均需通过粉末变形工艺来制备.

要设计并制备出承温能力超过700 ℃的铸锻变形高温合金, 需解决其强化易、变形难的瓶颈问题. 根据涡轮盘合金的服役和加工不同的温度特性, 提出强化"中温区(服役温度区间)"、弱化"高温区(变形加工区)"的合金设计思路(图3[8~11]), 为设计制备超700 ℃铸锻变形合金开辟了一条新途径[8~11]. 设计合金在低温和中温区的强度比原合金有提升, 但在高温区低于原合金, 如图3所示.

目前具有较高承温能力的涡轮盘用合金(U720Li, ME3和LSHR等)均具有γ/γ'-Ni_3Al 2相微观结构的镍基合金, 其中γ相为面心结构的基体相, γ'相为具有$L1_2$结构的有序沉淀强化相. γ'相对合金高温强度的贡献超过70%. 因此, 优化γ'沉淀强化相是实现上述设计思路的有效途径. 由于γ'相在0~800 ℃温度区间存在反常屈服现象[12], 许多具有A_3B结构的相也具有反常屈服行为, 如Co_3Ti, Ni_3Si和Ni_3Ge等[13~15]. 其中, Co_3Ti的反常屈服峰值温度比Ni_3Al高约100 ℃, 但在1000 ℃以上, Co_3Ti的强度低于Ni_3Al (图4[13~15]), 有可能实现本文提出的合金设计目标.

γ/γ' 2相在Ni-Co-Al-Ti四元相图中的分布如图5[16]所示. 根据U720Li合金(γ'含量为45%)的成分特点, 将具有γ/γ' 2相结构的Ni-Co基高温合金简化成二元合金Ni-9.2%Al和Co-16.9%Ti (质量分数), 按一定比例混合, 得到了系列Ni-Al-Co-Ti四元合金. X射线衍射和形貌分析结果表明, γ/γ' 2相区域可从Ni-9.2%Al侧连续分布至Co-16.9%Ti侧[16], 为后续设计铸锻Ni-Co基变形合金提供了理论依据.

新型铸锻合金选取具有相似微观结构和较高承温能力的铸锻合金U720Li作为优化对象, 合金设计理念见图6[10]. 在具有γ/γ'结构的镍基涡轮盘用合金中(U720Li, RR1000, ME3)加入适量具有γ/γ'结构的Co-Co_3Ti合金. 增加Co元素含量可以提高合金的

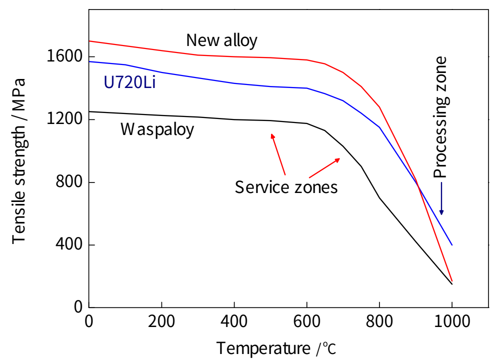


图3　新型铸锻合金TMW的设计理念[8~11]

Fig.3　New concept for designing C&W TMW alloy[8~11]

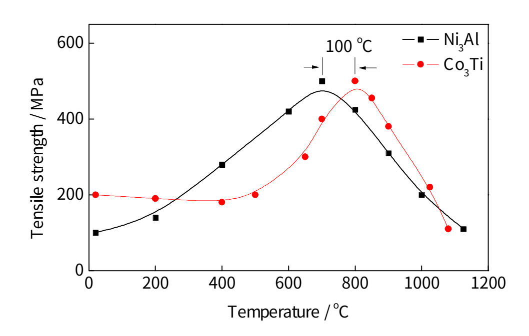


图4　金属间化合物Ni_3Al和Co_3Ti的屈服强度随温度变化的曲线[13~15]

Fig.4　Yield strength of intermetallics Ni_3Al and Co_3Ti as a function of temperature[13~15]

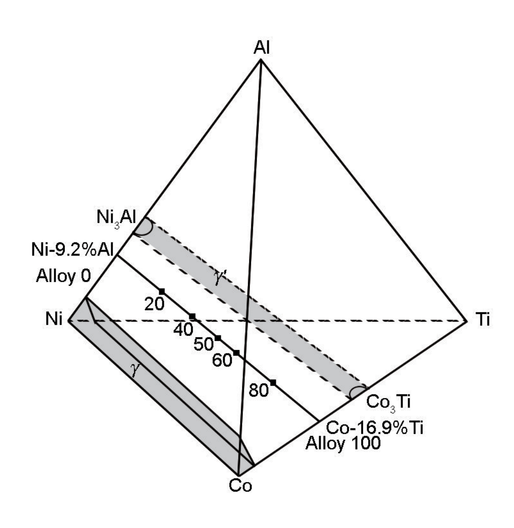


图5 Ni-Al-Co-Ti合金四元相图[16]

Fig.5 A partial phase diagram of Ni-Al-Co-Ti quaternary alloys at 750 and 1100 ℃[16]

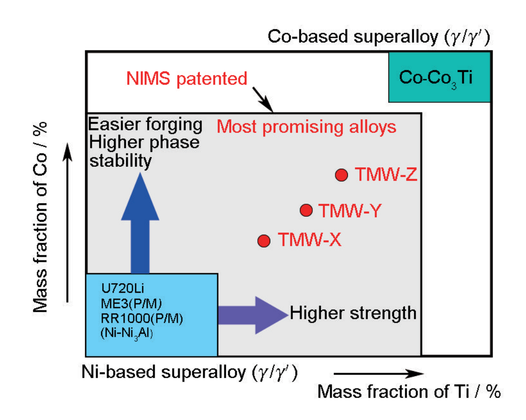


图6 新型变形高温合金TMW设计理念图[10]

Fig.6 Design of TMW disk alloys by an innovative concept[10]

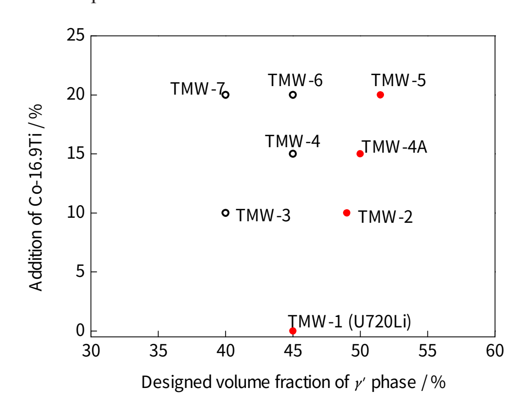


图7 新型变形高温合金TMW的设计方法[18]

Fig.7 Design method of TMW alloy[18]

组织稳定性和热加工性能, 而增加Ti含量会提高合金析出相含量, 从而提高合金的强度. 优化后γ′相的组成为(Ni, Co)$_3$(Al, Ti), 将有利于实现扩展中温服役区强化效应, 而在高温加工区强化效应可能迅速衰减, 使合金的热加工窗口不低于合金U720Li.

合金设计方法见图7[18], 利用Thermo-Calc软件和镍基数据库(NI-DATA)计算出U720Li合金和Co-16.9%Ti中γ和γ′相的成分, 然后将U720Li合金和10%, 15%和20%的Co-Ti合金混合, 分别计算混合后设计合金中γ和γ′相的成分, 按所设计γ′相体积分数得到不同的TMW合金. 图7设计的合金可以研究γ′相成分相同, 体积分数变化时合金强度的变化趋势(TMW-5, TMW-6和TMW-7), 或γ′相体积分数相同, 相成分变化时合金强度的变化趋势(如TMW-1 (U720Li), TMW-4和TMW-6). TMW合金和一些对比合金成分见表2[17]. TMW合金的成分特点是Co含量为20%~31%, Ti含量为5.1%~7.4%, 略高于现在使用的涡轮盘用高温合金[18]. Co和Ti可分别替代γ′中Ni和Al的位置形成(Ni, Co)$_3$(Al, Ti), 起到优化γ′相的作用; 另外, 提高合金中Co, Ti含量, 同时降低合金中Cr含量, 能有效抑制合金在长期服役过程中产生拓扑密排相(TCP相)趋势[11].

在新型TMW合金中γ′的组成可表示为(Ni, Co)$_3$(Al, Ti). 当Ti含量<6%时, 合金中只有L1$_2$结构的(Ni, Co)$_3$(Al, Ti)相; 当6%<Ti<10%, 合金中形成了块状或针状的η相(Ni$_3$Ti), 如图8a所示. 图8b为不同合金中η相(Ni$_3$Ti)形成的等温转变曲线(time-temperature-transformation, TTT曲线). 可以看出, η相的形成受合金中Ti元素含量、Ti/Al比以及合金成分的影响. 另外, 热处理温度也会影响η相(Ni$_3$Ti)的形成[19,20].

当Ti含量>10%时, 合金中观察到了大量的片状相, 如图9a所示[21,22]. 选区电子衍射和HRTEM观察表明该相具有hcp结构(图9b), 晶格常数a=0.51 nm, c=1.25 nm, 根据三维原子探针(3DAP)成分分析结果可知(图9c), 片状相可以表示为(Ni, Co, Cr)$_3$(Ti, Al). γ′相与(Ni, Co, Cr)$_3$(Ti, Al)相的区别是: γ′相为L1$_2$结构, Ti含量低, Al含量高; 而(Ni, Co, Cr)$_3$(Ti, Al)相为hcp结构, Ti含量高, Al含量低. η相与(Ni, Co, Cr)$_3$(Ti, Al)相的区别是: 2相均为hcp结构,但η相的a=0.51 nm, c=0.83 nm; (Ni, Co, Cr)$_3$(Ti, Al)相的a=0.51 nm, c=1.25 nm.

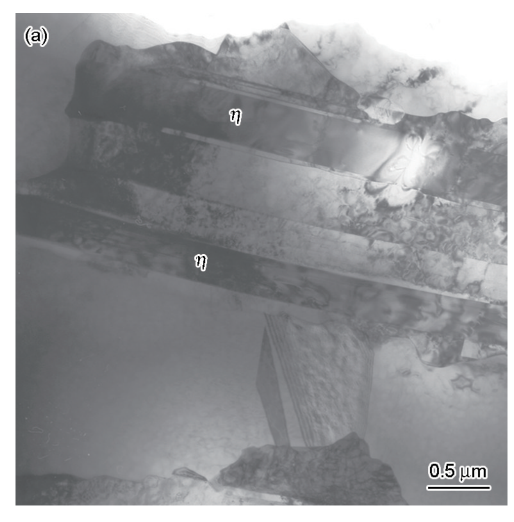
合金中γ′相向η相转变过程可描述为[23]: γ′相和η相有相似的AB_3型结构, 即每一个晶胞中包含着3个A原子和一个B原子, 在密排面上具有相同的密排结构, 在fcc结构中原子在密排面(111)上的密排顺序是$ABCABCABC$, 而在hcp结构的η相中沿着密排面(0001)的密排顺序是$ABACABAC$, 如图10[23]所示. 当γ′相中形成外禀层错时, γ′相中沿密排面的密排结构中相当于增加了一层A原子, 正常的密排顺

表2 TMW合金和一些对比合金的成分[17]

Fig.2 Compositions of TMW alloy and some comparative alloys[17]

(mass fraction / %)

Alloy	Co	Cr	W	Mo	Ti	Al	Nb	Ta	Zr	C	B	Ni
TMW	22.0~26.0	13.0~15.0	1.2	2.8	5.1~7.4	2.0~3.0	–	–	0.03	0.02	0.02	Bal.
U720Li	15.0	16.0	1.3	3.0	5.0	2.5	–	–	0.03	0.02	0.02	Bal.
ME3	20.0	13.1	1.9	3.8	3.6	3.5	1.1	2.3	0.05	0.04	0.03	Bal.
LSHR	21.0	13.0	4.3	2.7	3.5	3.5	1.5	1.6	0.05	0.03	0.03	Bal.
Alloy10	14.9	10.2	6.2	2.7	3.9	3.7	1.9	0.9	0.10	0.03	0.03	Bal.
RR1000	18.5	15.0	–	5.0	3.6	3.0	–	2.0	0.06	0.03	0.02	Bal.



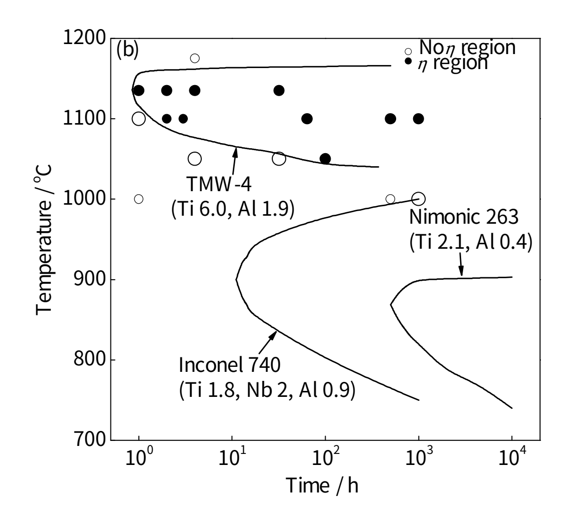


图8 高Ti含量Ni-Co基合金中的η相形貌和η相形成的等温转变曲线[11]

Fig.8 Morphology (a) and time-temperature-transformation (TTT) curves (b) of η phase formed in TMW alloy with high Ti content[11]

序*ABCABC*变为*<u>ABAC</u>ABC*. 带下划线部分的结构与η相的原子排列相同, 这将成为η相的优先形核位置, 已经形成的η相核心通过超位错在$(111)_\gamma$面上沿着$[0001]_\eta$方向长大.

另外, 合金中Co元素含量还会影响合金的层错能, 对合金微结构和变形行为产生影响[24,25]. 图11a[24]给出了位错分解的高分辨TEM像, 结合其它合金物理参数, 可以计算出合金的层错能. 图11b[25]给出了TMW合金的层错能随Co含量的变化曲线. 可以看出, 当合金中的Co含量<24%时, 层错能随着Co含量的增加而降低; 当Co含量约为24%, 层错能达到最低值; 当Co含量>24%,层错能随着Co含量的增加而增加. 因此, TMW合金中的Co含量一般选在22%~26%之间.

2 合金的加工制备性能

基于上述合金成分设计, 通过0.5 kg级和100 kg级铸锭的变形能力评估和力学性能测试, 优选出4个TMW合金(TMW2, TMW24, TMW4和TMW-4M3)进行了吨级中试制备验证.

中试制备验证采用真空三联熔铸工艺(真空感应熔炼(VIM)+电渣重熔熔炼(ESR)+真空自耗熔炼(VAR))来保障大尺寸铸锭的冶金质量. VAR铸锭直径为508 mm, 然后通过多道热锻变形制成直径为200 mm的棒材. 最后利用热模锻技术, 成功制备出多个直径为440 mm, 厚度为65 mm的TMW合金系列涡轮盘毛坯(图12[26]). 后续组织和性能研究试样

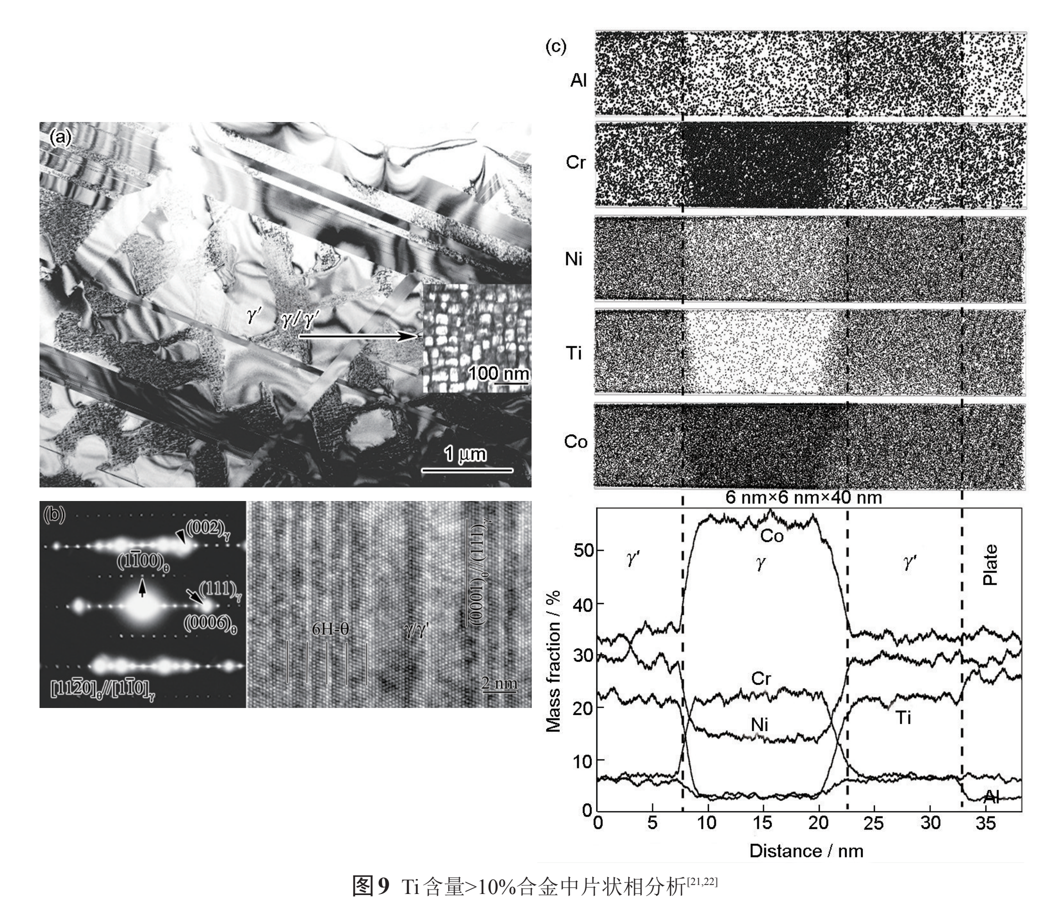


图 9 Ti含量>10%合金中片状相分析[21,22]

Fig.9 Analysis of plate-shaped phase in TMW alloys with Ti content higher than 10%[21,22]

(a) bright-field image of plate-shaped phase (Inset shows the enlarged view)

(b) selected area electron diffraction (SAED) pattern and HRTEM image

(c) atom mappings of main alloying elements (Al, Cr, Ni, Ti and Co)

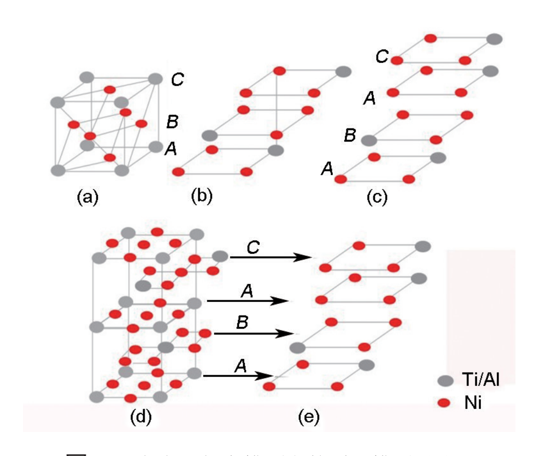


图 10 γ′相与η相密排面上的原子排列对比[23]

Fig.10 Comparison of atomic arrangement in close packed planes of γ′ and η structure[23]

(a) atomic arrangement in a unit cell of $L1_2$

(b) atomic packing in $(111)_{\gamma'}$ planes

(c) adding a layer of A in $(111)_{\gamma'}$ planes

(d) atomic arrangement in a unit cell of the DO_{24} η-Ni_3Ti phase

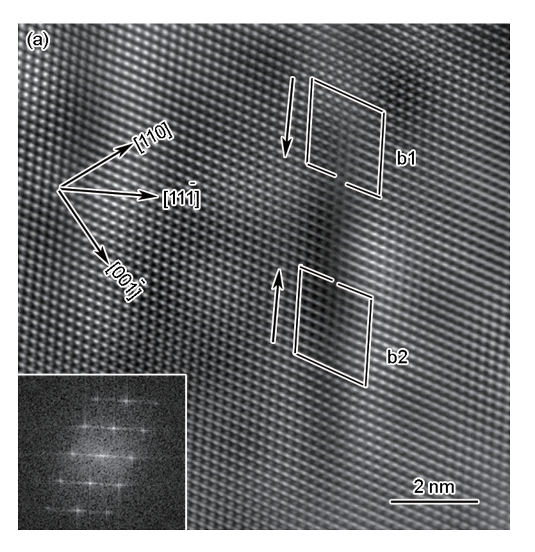
(e) atomic packing in $(0001)_\eta$ planes

均来自此类毛坯盘.

3 合金的组织控制和热处理制度

具有γ/γ′双相结构的变形高温合金的性能主要由晶粒尺寸和γ′相分布特征决定. U720Li铸锻变形盘合金主要性能(拉伸强度、蠕变强度、低周疲劳和疲劳裂纹扩展)与晶粒尺寸的关系如图13[27]所示.

TMW合金晶粒尺寸由热处理固溶温度和时间决定, 随固溶温度的提高, 初生γ′相的体积分数降低, 晶粒尺寸变大(图14a[28]); 同时, 初生γ′相的尺寸、体积分数和晶粒尺寸具有关联性(图14b[29]). 另外, 时效和冷却γ′相(二次和三次γ′相)的分布特征(尺寸和体积分数)由固溶和时效热处理制度共同决定并影响合金的性能. 表3给出了U720Li和TMW-4M3合金经不同固溶处理(4M3-1和U720Li在1100 ℃固溶4 h后油淬, 4M3-2在1120 ℃固溶4 h后油淬)后γ′相分布特征和晶粒尺寸的变化[30], 研究结果表明, 利用较高的固溶温度处理, TMW-4M3合金可获得更优的综合性能. 但为了同U720Li比较, TMW系列



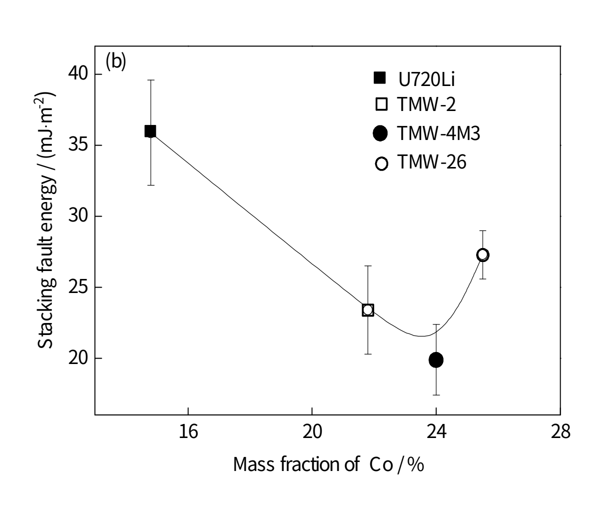


图 11 新型Ni-Co基高温合金位错分解的高分辨像[24]和层错能随Co含量的变化曲线[25]

Fig.11 Filtered HRTEM image showing the dislocation decomposition (a)[24] and stacking fault energy (SFE) as a function of Co content in γ matrix (b) of Ni-Co base superalloys[25] (Inset in Fig.11a shows the SAED pattern, b1 and b2 indicate the dislocations)

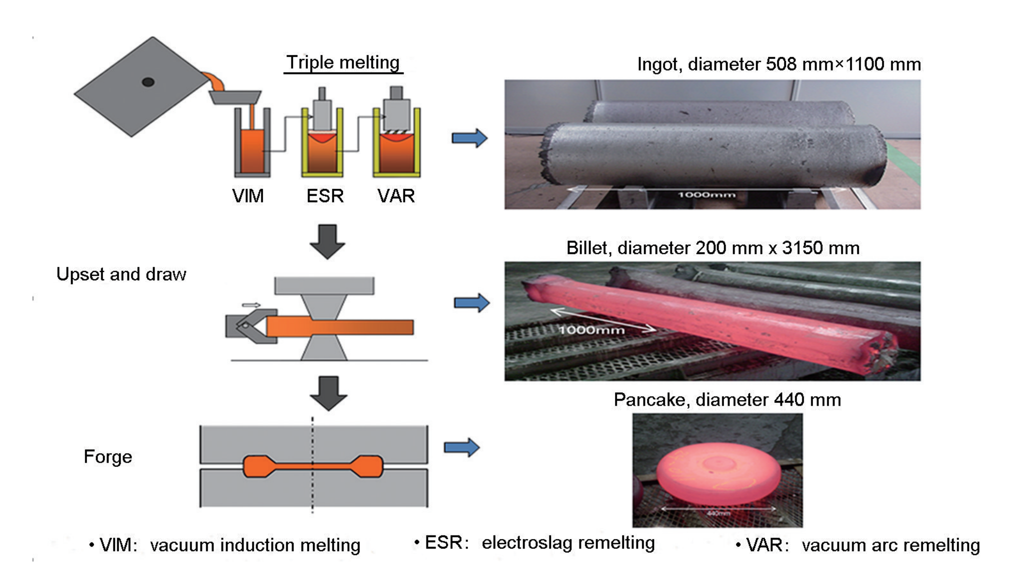


图 12 系列TMW合金毛坯盘制备流程[26]

Fig.12 TMW alloy pancakes procedure produced by C&W process[26]

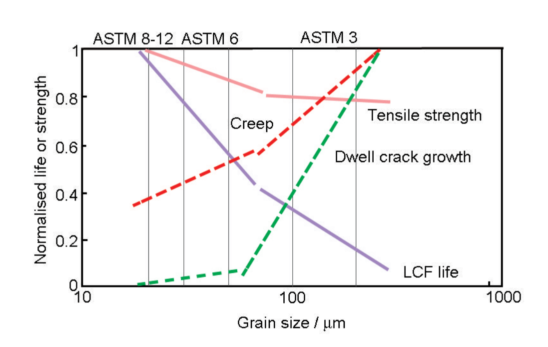


图 13 U720Li合金晶粒尺寸与性能的关系[27]

Fig.13 Relations between grain size and performance in U720Li alloy[27] (LCF—low cyclic fatigue)

合金性能测试试样均采用U720Li标准热处理工艺处理(所用固溶温度较TMW最优的温度低).

4 合金的性能及变形机理

4.1 拉伸变形

图 15[7,8]是TMW合金和其它合金的拉伸强度随温度变化的曲线. 在650~750 ℃, TMW-4M3合金比U720Li和ME3合金具有更高的拉伸强度, 特别是在750 ℃时, TMW-4M3合金的屈服强度比U720Li合金提高了约10%, 比ME3提高了约5%.

图 16[31]为TMW-4M3 和 U720Li 合金在室温、650 和 725 ℃拉伸变形后的微观组织. U720Li 合金

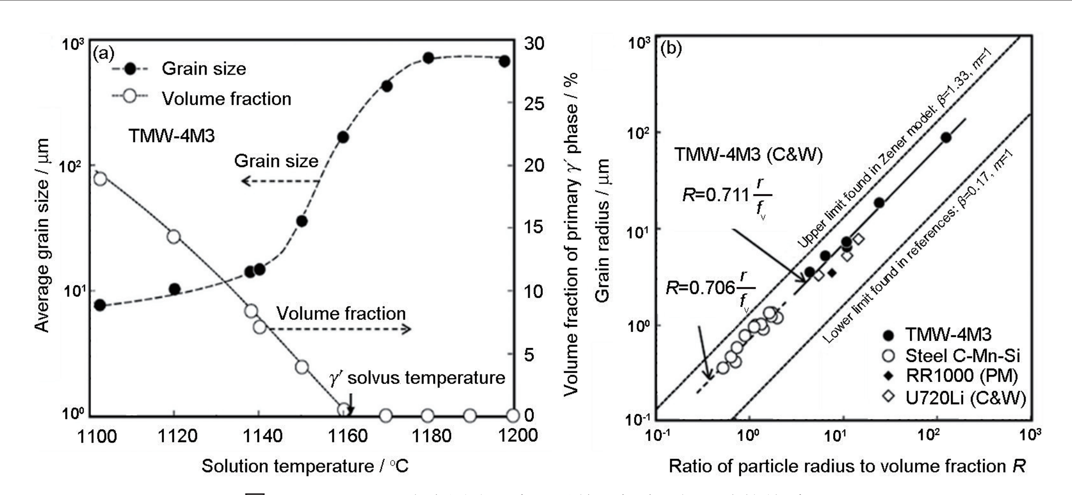


图 14 TMW-4M3 合金固溶温度和晶粒及初生 γ'相尺寸的关系[28,29]

Fig.14 Relationship between solution temperature and microstructure of TMW-4M3 alloy[28,29] (β, m—Zener parameter)

(a) effect of solution temperature on grain size (r) and volume fraction (f_v) of γ' phase

(b) relationship between radius of primary γ' phase and grain size

表 3 固溶温度对合金晶粒尺寸和 γ'相特征的影响[30]

Table 3 Effect of solution temperature on the grain size and γ' phase characteristics[30]

Alloy	γ matrix		Primary γ'		Secondary γ'		Tertiary γ'		Annealing twin density %
	Mean size μm	Size μm	Volume fraction %	Size μm	Volume Fraction %	Size nm	Volume fraction %	Size nm	
4M3-1	8.7	2.5~16.3	16.9	0.4~2.5	30.0	60	~2.1	~10	8.3
4M3-2	10.6	3.2~30.1	14.5	0.6~2.5	31.5	70	~3.0	~10	8.5
U720Li	10.2	2.8~25.3	13.1	0.5~2.5	29.4	90	~2.5	~10	3.6

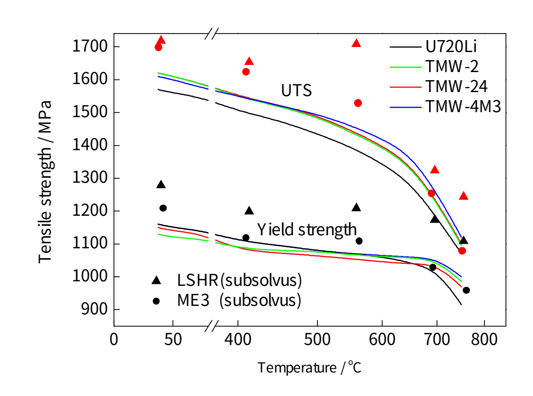


图 15 TMW-4M3 和对比合金屈服和抗拉强度随温度的变化[7,8]

Fig.15 Tensile strength of TMW-4M3 and comparative alloys at various temperatures[7,8] (UTS—ultimate tensile strength)

的变形方式从室温到 725 ℃时都以反相畴界(APB)切割 γ'相为主; 而 TMW-4M3 合金室温时以 APB 切割 γ'相为主, 650 ℃时以层错切割 γ'相和 γ相变形为主, 725 ℃时以变形微孪晶切割 γ'相和 γ相为主[31].

基于上述观察, 提出了描述 Ni-Co 基变形高温合金拉伸变形的 2 种机制是 APB 和层错切割 γ'相, 通过对比单位面积变形内引起的表面 APB 能和层错能的大小, 可以判定在特定温度范围内拉伸时合金以哪种变形方式为主[32]. 单位面积变形内引起的表面 APB 能和层错能的表达式如下所示:

$$\Delta E = \gamma_{\text{APB}}(f_{\gamma'\text{III}} + \theta f_{\gamma'\text{II}}) \qquad \text{(APB)} \quad (1)$$

$$\Delta E = \gamma_{\text{SF}}^{\text{p}}(f_{\gamma'\text{III}} + f_{\gamma'\text{II}}) + \gamma_{\text{SF}}^{\text{m}} f_{\text{m}} \qquad \text{(SF)} \quad (2)$$

式中, ΔE 为单位变形面积内增加的表面能, γ_{APB} 为 γ'相的 APB 能, $f_{\gamma'\text{III}}$ 是合金中三次 γ'相的体积分数, θ 是介于 0 和 1 之间的系数, $f_{\gamma'\text{II}}$ 是合金中二次 γ'相的体积分数, $\gamma_{\text{SF}}^{\text{p}}$ 为 γ'相的堆垛层错(SF)能, $\gamma_{\text{SF}}^{\text{m}}$ 指 γ相的层错能, f_{m} 指 γ相的体积分数. 根据已知参数可以绘制 APB 切割和层错切割的示意图, 如图 17[32]所示. 可以看出, APB 切割和层错切割机制之间存在着临界温度和临界三次 γ'相体积分数, 当变形温度或者三次 γ'相体积分数在临界值以下时, 合金的变形机制以 APB 切割为主, 反之以层错切割为主. 由于 TMW-4M3 合金比 U720Li 合金具有更高的三次 γ'相

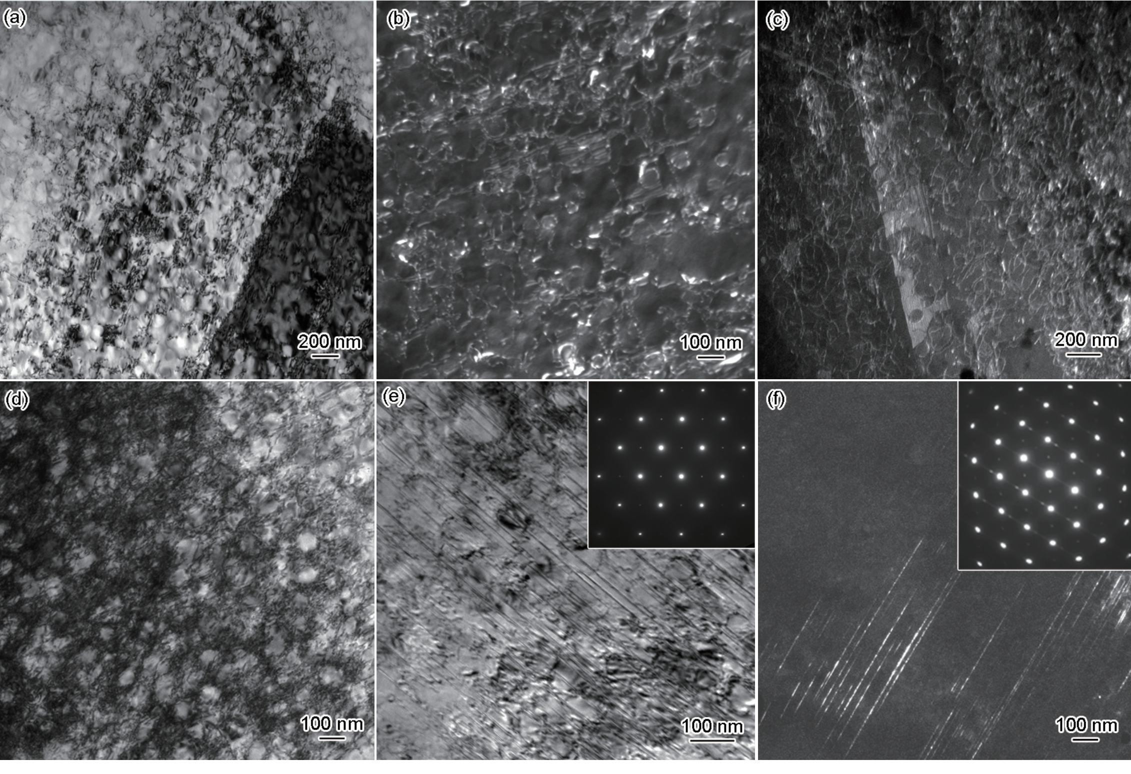


图16 TMW合金经不同温度拉伸变形后的微观组织[31]

Fig.16 Microstructures of U720Li (a~c) and TMW-4M3 (d~f) alloys after tensile deformation at room temperatue (RT) (a, d), 650 ℃ (b, e) and 725 ℃ (c, f)[31] (Insets in Figs.16e and f show the SAED patterns)

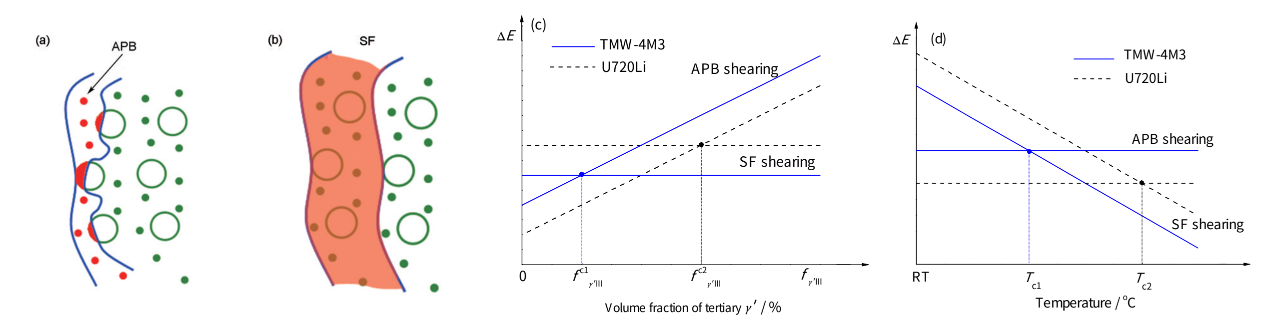


图17 反相畴界(APB)切割和层错切割的示意图[32]

Fig.17 Schematic drawing of antiphase boundary (APB) and stacking fault (SF) shearing mechanisms[32] (ΔE—increased interface energy per deformed unit area in system; $f_{\gamma'\text{III}}$—volume fraction of tertiary γ' precipitate; $f^{c1}_{\gamma'\text{III}}$, $f^{c2}_{\gamma'\text{III}}$—volume fraction of tertiary γ' when temperatures are T_{c1} and T_{c2}; T_{c1}, T_{c2}—temperature)

(a) γ' precipitates sheared by APB, small solid circles and large circles denote tertiary and secondary γ' precipitates, respectively

(b) γ' precipitates sheared by SF

(c) ΔE corresponding to APB shearing and SF shearing mechanisms as a function of $f_{\gamma'\text{III}}$

(d) ΔE corresponding to APB shearing and SF shearing mechanisms as a function of temperature

的体积分数、APB能以及更低的层错能, 因此TMW-4M3合金中拉伸变形机制将在较低的三次γ'相的临界体积分数和较低的温度时发生转变, 这也与透射电镜观察结果一致.

在300~550 ℃的温度区间拉伸实验时, TMW合金存在常规动态应变时效和反常动态应变时效2种现象(图18a[33]). 常规动态应变时效一般在低温或高应变速率条件下出现, 而反常动态应变时效在高温或低应变速率条件下出现. 通过透射电镜的观察证明了溶质原子(C原子)与可动位错的交互作用是常规动态应变时效产生的主要原因(图18b[34]), 而反常动态应变时效的产生与堆垛层错 (图18c[34])有一定

的联系. 在低层错能Ni-Co基高温合金中存在着以堆垛层错参与塑性变形的反常动态应变时效, 这种新现象在动态应变时效中未见报道. 为进一步研究反常动态应变时效行为, 选择不同的热处理制度改变了合金中三次γ'的体积分数和分布状态[34~36], 结果发现层错变短(图18d[34]), 证明了反常动态应变时效与层错参与塑性变形有关联.

TMW合金在不同形变条件下的层错密度和层错能统计结果(图19[37])表明: 室温变形样品中层错密度最低; 室温至350 ℃ (623 K), 层错密度随着温度升

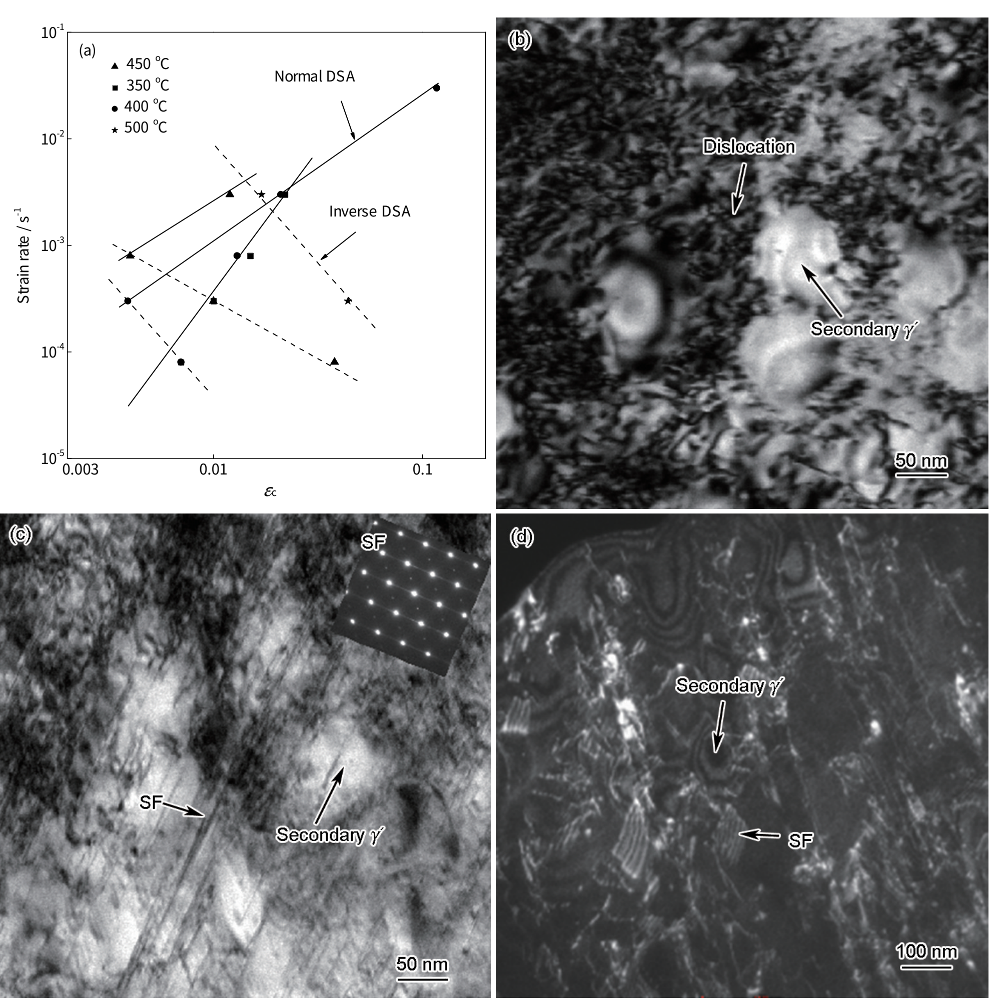


图18 TMW合金的临界应变量随温度和应变速率的变化曲线及堆垛层错形态[33,34]

Fig.18 Variation of critical strain (ε_c) with strain rate and temperature (a), TEM image in a normal dynamic strain aging (DSA) (b) and inverse DSA (c) and SFs (d) observed in TMW alloy solution-treated at 1100 ℃ for 4 h followed by water quenching[33,34] (Inset in Fig.18c shows the SAED pattern)

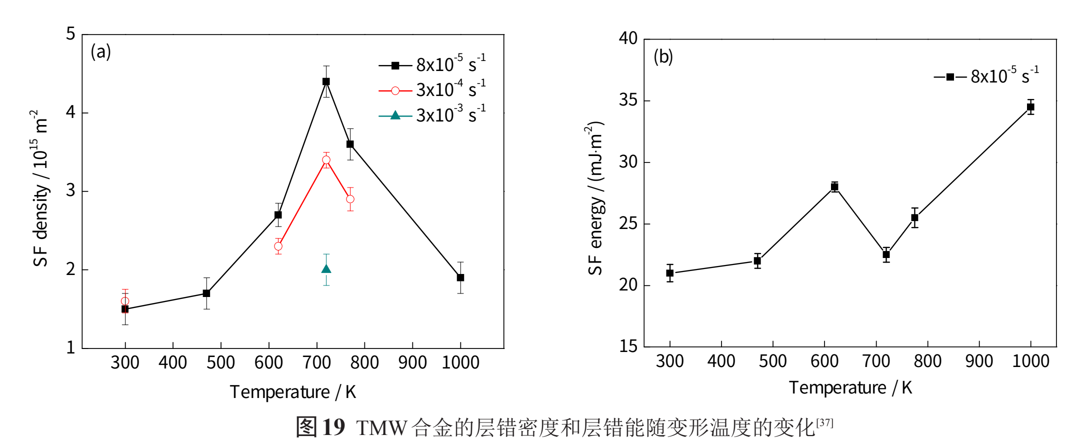


图19 TMW合金的层错密度和层错能随变形温度的变化[37]

Fig.19 Variation of stacking fault dislocation (a) and SF energy (b) with test temperature in TMW alloys[37]

高而缓慢上升; 350~450 ℃ (623~723 K), 层错密度急剧上升, 并在 450 ℃ (723 K)出现极大值; 450~725 ℃ (723~998 K), 层错密度逐渐下降. 层错能随温度的升高而先上升(室温至 623 K); 之后随温度的进一步升高而急剧下降(623~723 K), 并在 723 K 出现极小值; 后又随着温度的升高而上升(723~998 K). 对在 450 ℃, 变形速率为 8×10^{-5} s^{-1} 条件下得到的不同形变量的样品观测表明, 动态应变时效初始阶段是由位错脱钉引起的, 主要表现为全位错分解为层错; 随着变形量的增加, 层错之间以及层错与位错之间的相互作用成为影响动态应变时效的主要因素.

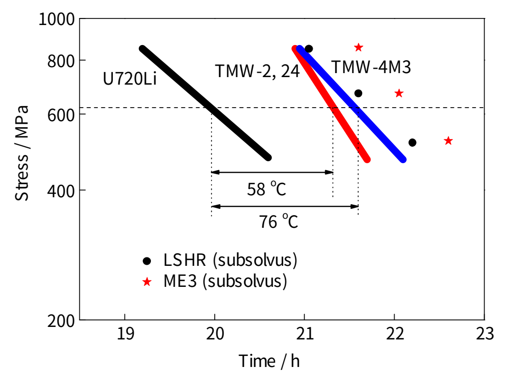


图 20 TMW 和对比合金 0.2%蠕变应变时时间和应力的 Larson-Miller 关系[9,38]

Fig.20 Larson-Miller relationship of time and stress for TMW and comparative alloys at 0.2% creep strain[9,38]

4.2 蠕变变形

图 20[9,38]是 TMW 合金和其它对比合金在不同应力下达到 0.2%蠕变应变时的时间和应力之间的 Larson-Miller 参数关系. 在相同蠕变时间, TMW-4M3 合金的承载比 U720Li 高约一倍; 在承载为 630 MPa 时, 承温能力比 U720Li 高 76 ℃(估计持久寿命提高 10 倍以上), 接近粉末合金 ME3 的水平[9,38].

图 21 比较了 U720Li 和 TMW-4M3 合金在 725 ℃和 630 MPa 条件下的不同蠕变阶段的变形组织[38~40], 2 种合金的晶粒尺寸均为 10 μm 左右. U720Li 合金在蠕变第一阶段主要以 Orowan 绕过和位错滑移变形为主, 蠕变第二阶段以层错切割 γ'相变形为主, 蠕变第三阶段出现了晶界滑动. TMW-4M3 合金蠕变第一阶段主要以层错切割为主, 蠕变第二和第三阶段以微孪晶变形为主, 且第二和第三阶段微孪晶的厚度分别为(109±15) nm 和(76±12) nm, 这些结果说明合金的层错能对合金蠕变变形机制影响较大.

由于层错能对 TMW 合金的蠕变机制影响较大, 设计了几种含不同层错能的 Ni-Co 基变形高温合金, 研究了层错能变化对合金蠕变变形机制的影响规律[41,42]. 结果表明: 在蠕变第一阶段或蠕变变形量较小时, 合金的蠕变变形机制主要与 Orowan 绕过和 APB 切割尺寸较小的 γ'相有关, 层错能的变化对合金蠕变变形机制无影响; 在蠕变第二阶段

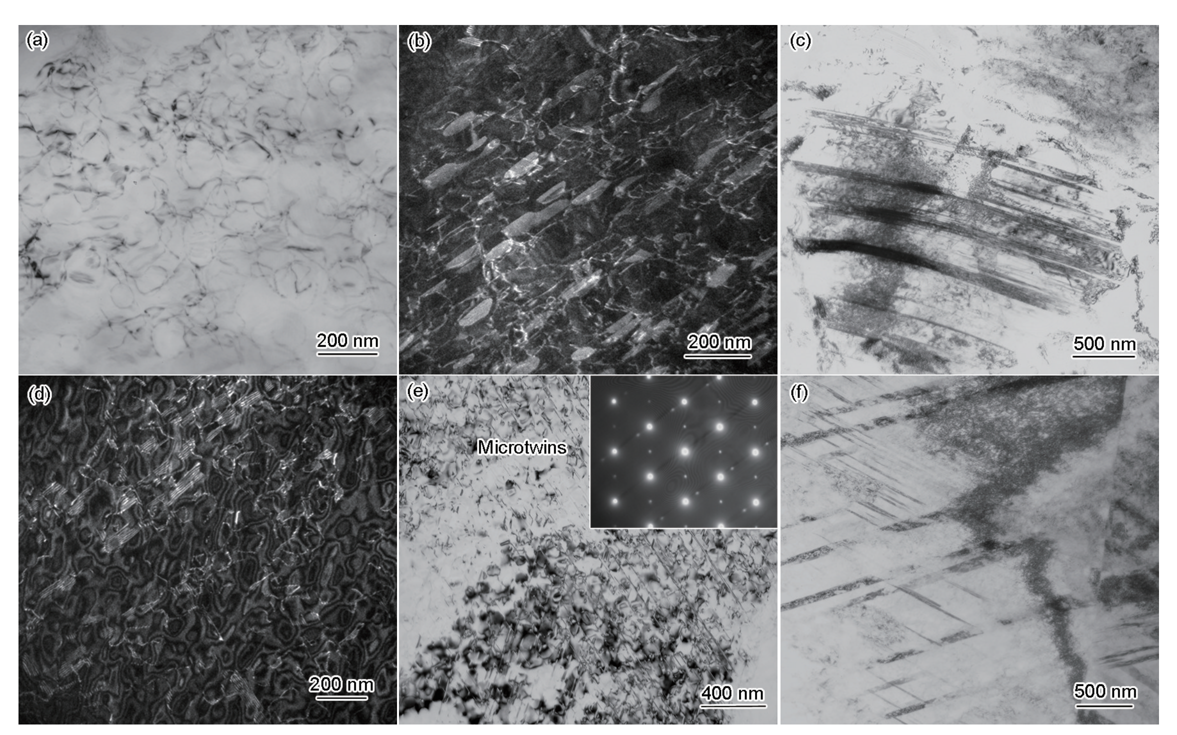


图 21 U720Li 和 TMW-4M3 在 725 ℃, 630 MPa 条件下蠕变变形后的微观组织[38~40]

Fig.21 Microstructures of U720Li (a~c) and TMW-4M3 (d~f) alloys during creep at 725 ℃, 630 MPa in primary (a, d), secondary (b, e) and tertiary (c, f) stages[38~40] (Inset in Fig.21e shows the SAED pattern)

或蠕变变形量较大时, 层错能变化对合金蠕变变形行为影响较大, 合金的稳态蠕变速率随层错能的降低而降低, 蠕变寿命增加.在层错能较高的合金中, *a*/2<110>全位错在 γ'/γ 界面分解形成的Shockley位错切割尺寸较大的 γ'相, 并在较大的 γ'相中形成层错; 而在层错能较低的合金中, *a*/2<110>全位错在 γ基体中分解, 形成的 *a*/6<112>位错扫过 γ基体和 γ'形成扩展层错和变形孪晶.

图22[43]是大晶粒尺寸(>100 μm)的Ni-Co基变形高温合金的蠕变变形机制随蠕变条件变化的关系. 由于TMW合金具有较低的层错能, 因此在变形过程中更容易形成层错. 根据Zhang等[44]的研究, 层错的宽度受应力影响, 当应力提高时, 层错宽度变宽, 因此存在于不同 γ'相中的层错由于被拉宽而连接到一起形成连续层错. 所以在低温低应力下, 合金的变形主要通过不全位错切割 γ'相形成大量层错进行的; 在中温变形过程中, 当加载载荷较大时, 拖拽位错运动的应力也相应提高, 合金变形组织中出现大量贯穿 γ基体及 γ'相的层错; 当蠕变温度升高到725 ℃或加载载荷较高时, 合金中的位错运动速率加快, 基体中的全位错容易分解, 形成变形孪晶, 合金变形主要以层错和微孪晶切割 γ'相的方式进行, 形成了贯穿 γ基体及 γ'相的层错和微孪晶. 同时, 合金中的 γ'相开始发生粗化, 在尺寸较大的 γ'相粗化过程中, 部分尺寸较小 γ'相发生溶解, 使 γ'相之间的基体通道变大, 有利于位错的绕过; 当蠕变温度进一步提高到815 ℃时, 部分小 γ'溶解, 大 γ'相之间的基体通道变宽, 位错以绕过 γ'相的方式变形.

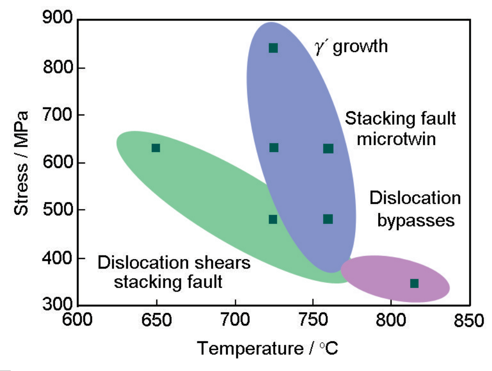


图22 不同蠕变条件下Ni-Co基变形高温合金的变形机制示意图[43]

Fig.22 Creep mechanism map of Ni-Co base alloy under different creep conditions[43]

4.3 低周疲劳行为

TMW合金在400~725 ℃, 应变幅范围为0.79%~1.22%内的低周疲劳性能见图23[8,9,45]. 温度为400~650 ℃时(图23a和b), TMW合金的低周疲劳性能

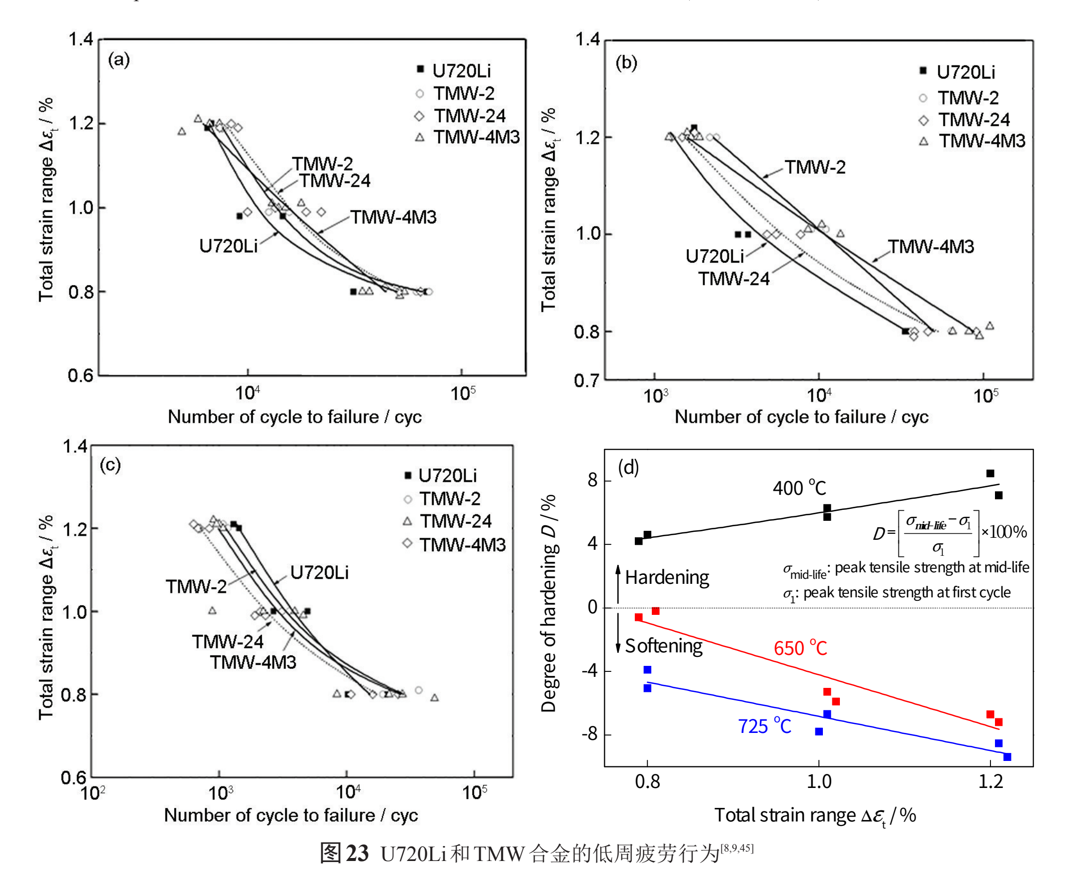


图23 U720Li和TMW合金的低周疲劳行为[8,9,45]

Fig.23 Strain controlled low cycle fatigue life for U720Li and TMW alloys at 400 ℃ (a), 650 ℃ (b), 725 ℃ (c) and degree of hardening *D*[8,9,45] (d)

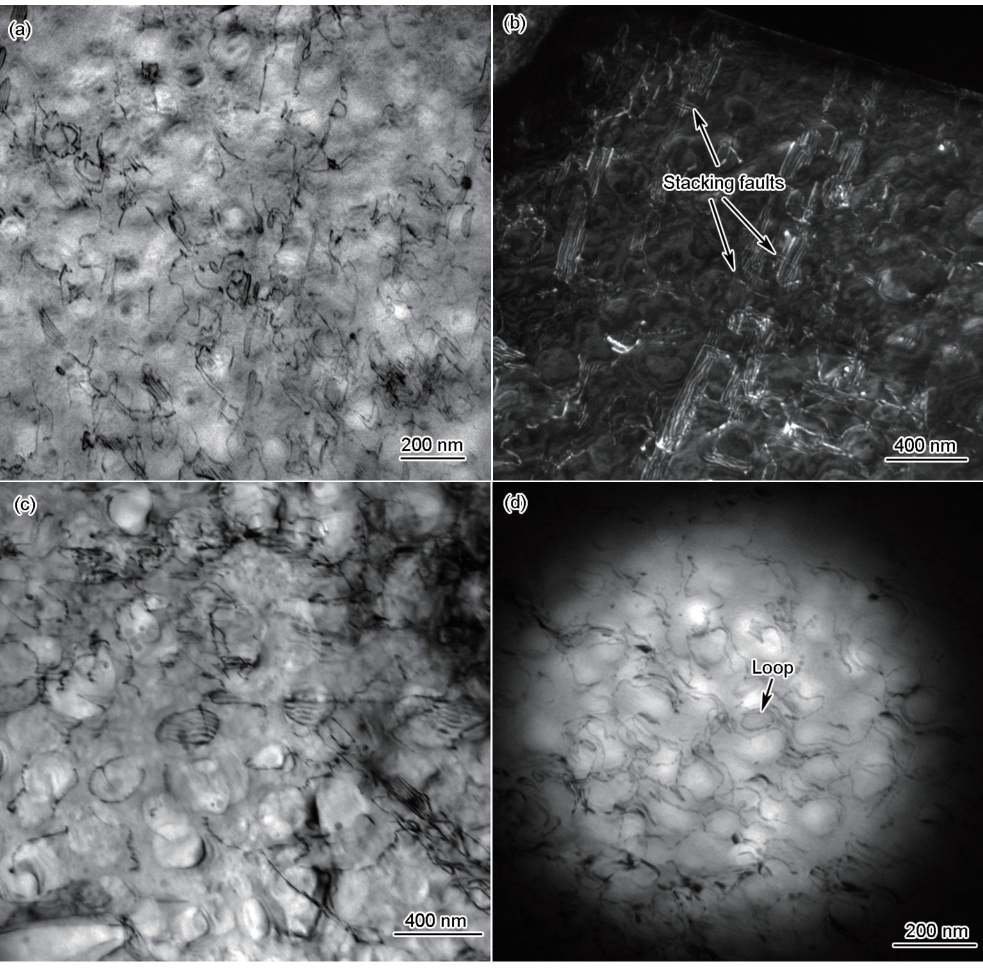


图 24 TMW-4M3 合金在 650 ℃疲劳时的变形微观组织[45]

Fig.24 Deformation microstructures of TMW-4M3 alloy fatigued at 650 ℃ at $\Delta\varepsilon_t$=0.8% (a, b) and $\Delta\varepsilon_t$=1.2% (c, d)[45]

优于 U720Li 合金; 在 725 ℃低应变振幅时(图 23c), TMW 合金的低周疲劳性能也优于 U720Li 合金, 但在高应变振幅时, TMW 合金的低周疲劳性能低于 U720Li 合金. TMW 合金在 400 ℃时表现出循环硬化现象, 而在 650~725 ℃时呈现明显的循环软化现象(图 23d), 且循环硬化和软化的程度都随应变幅值的增大而增大. 随温度的上升和应变幅值的增大, 合金的疲劳寿命降低. 透射电镜观察结果表明(图 24[45]), 不均匀的位错滑移带和位错交割引起了 400 ℃时合金的循化硬化, 而层错切割 γ'相可能是引起合金循环软化的原因.

4.4 疲劳裂纹扩展行为

TMW 合金在 400~725 ℃, 应力比为 0.05 的疲劳裂纹扩展速率见图 25[8,9,46,47]. 400 ℃时(图 25a), TMW 合金的疲劳裂纹扩展速率低于 U720Li 合金; 650 ℃时(图 25b), TMW 合金的疲劳裂纹扩展速率与 U720Li 合金基本相当; 725 ℃时(图 25c), TMW 合金的疲劳裂纹扩展速率略高于 U720Li 合金. 断口形貌分析表明[47], 400 ℃合金的断裂以穿晶断裂为主, 而 650 和 725 ℃时, 以沿晶和穿晶混合断裂方式为主.

4.5 合金强化机制

TMW 合金的主要强化方式包括固溶强化、γ'相沉淀强化和晶界强化, 为了评价不同强化方法对合金强度的影响程度, 将 TMW-4M3 合金经不同固溶处理后, 通过硬度及拉伸实验定量分析了几种强化方式对合金强度的贡献[48,49]. 图 26[49]为 TMW-4M3 合金经不同固溶处理后的显微组织. 在低于 γ'溶解温度下热处理时合金中主要存在 3 种尺寸的 γ'相(初生、二次和三次 γ'相), 而在高于 γ'溶解温度热处理时合金中只存在 2 种尺寸的 γ' (二次和三次 γ'相), 且晶粒尺寸较大. 合金的屈服强度可以用下式表示:

$$\sigma_{0.2}=\sigma_{\mathrm{Ni}}+\Delta\sigma_{\mathrm{sol}}+\Delta\sigma_{\gamma'\mathrm{III}}+\Delta\sigma_{\gamma'\mathrm{II}}+\Delta\sigma_{\gamma'\mathrm{I}}+\Delta\sigma_{\mathrm{GB}}+\Delta\sigma_{\mathrm{TB}} \tag{3}$$

分析表明屈服强度 $\sigma_{0.2}$=2.46 HV, 所以式(3)可以改写成下式, 将不同强化方式对合金强度的贡献定量表示出来:

$$\sigma_{0.2}=2.46(H_{\mathrm{Ni}}+\Delta H_{\mathrm{sol}}+\Delta H_{\gamma'\mathrm{III}}+$$

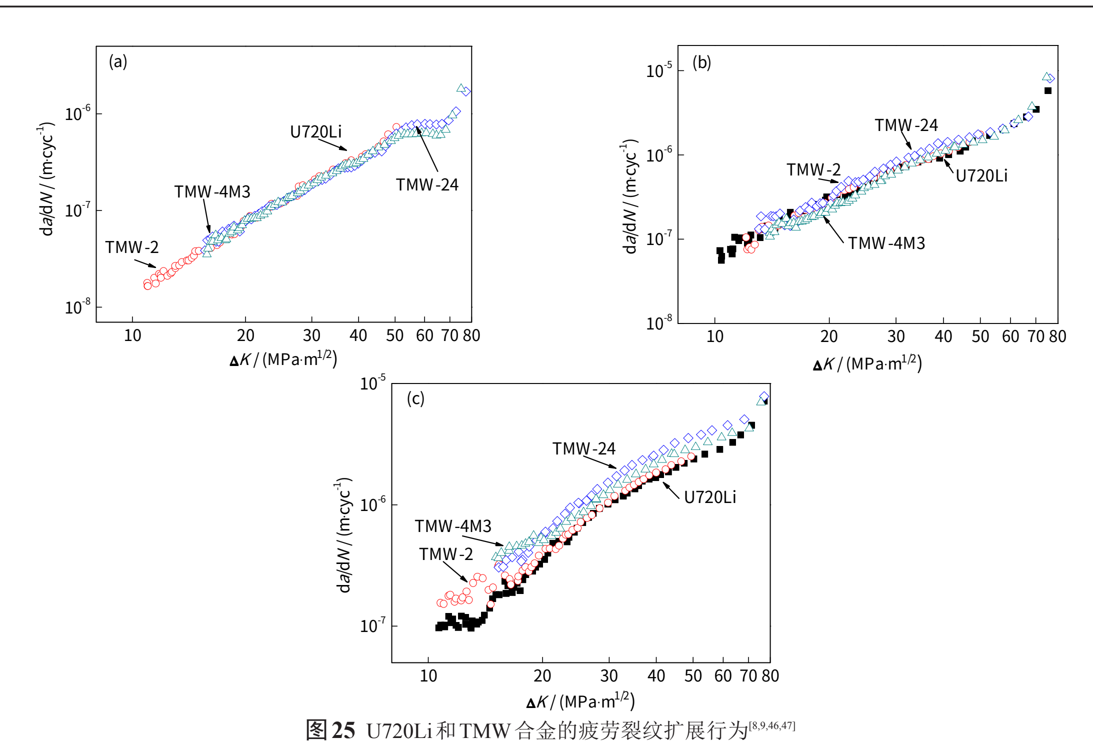
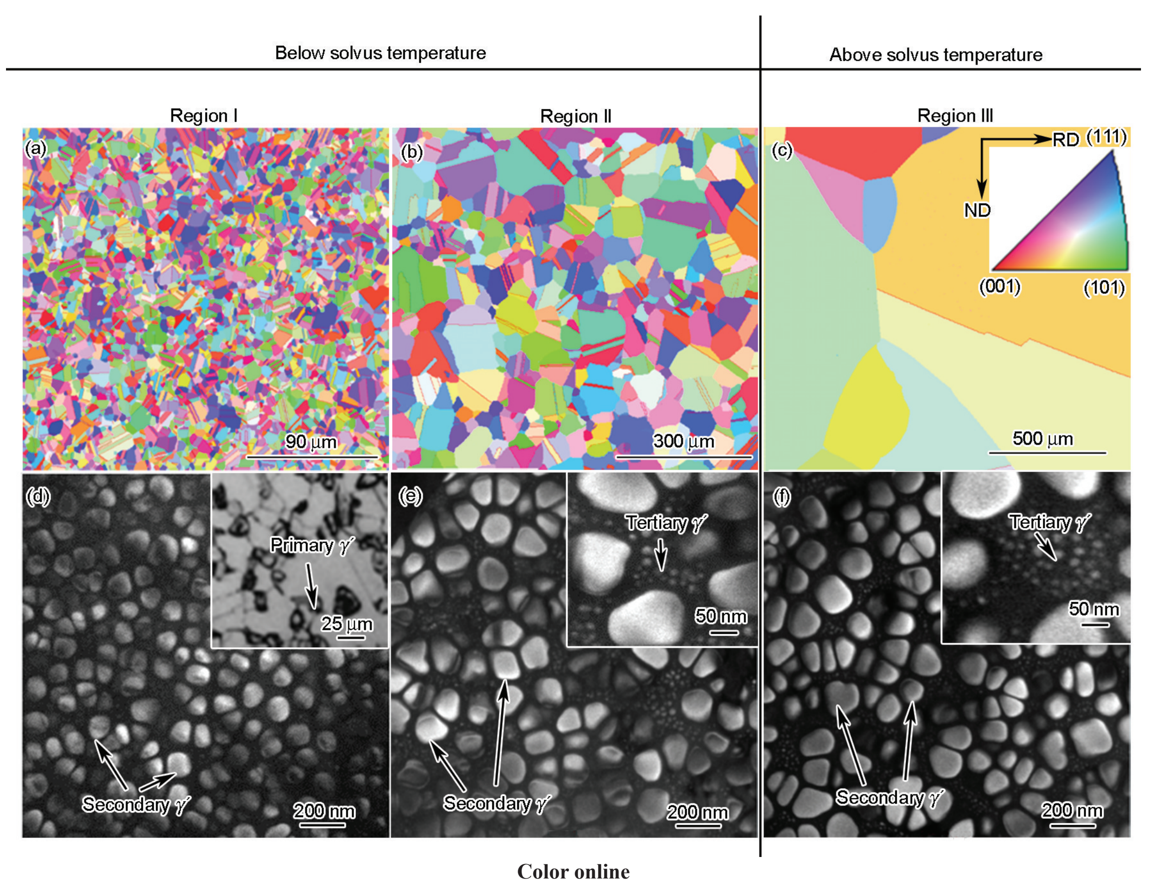


图 25 U720Li 和 TMW 合金的疲劳裂纹扩展行为[8,9,46,47]

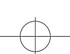
Fig.25 Fatigue crack growth behavior for U720Li and TMW alloys at 400 ℃ (a), 650 ℃ (b) and (c) 725 ℃ (c)[8,9,46,47] (ΔK—stress intensity factor range, da/dN—crack growth rate)



Color online

图 26 TMW-4M3 合金经不同热处理后的 EBSD 和 TEM 像[49]

Fig.26 EBSD (a~c) and TEM (d~f) images of TMW-4M3 after solid solution treatment at 1100 ℃ (a, d), 1150 ℃ (b, e) and 1180 ℃ (c, f) for 4 h, air cooling (AC) and subsequently subjected to two aging treatments 650 ℃, 24 h, AC and 760 ℃, 16 h, AC[49] (Inset in Fig.26c shows the pole figure, inset in Fig.26d shows the primary γ′, insets in Figs.26e and f show the enlarged views; RD—rolling direction, ND—normal direction)



$$\Delta H_{\gamma'\text{II}} + \Delta H_{\gamma'\text{I}} + \Delta H_{\text{GB}} + \Delta H_{\text{TB}}) = 2.46 H_{\text{Ni}} + 2.46(\Delta H_{\text{sol}} + \Delta H_{\gamma'\text{III}}) + 2.46\Delta H_{\gamma'\text{II}} + 2.46(\Delta H_{\gamma'\text{I}} + \Delta H_{\text{GB}} + \Delta H_{\text{TB}}) \quad (4)$$

式中, σ_{Ni}是Ni基体强度, σ_{sol}是固溶强化贡献的强度, $\sigma_{\gamma'\text{I}}$, $\sigma_{\gamma'\text{II}}$, $\sigma_{\gamma'\text{III}}$分别是初生、二次和三次$\gamma'$相贡献的强度, $\Delta\sigma_{\text{GB}}$是晶界贡献的强度差, $\Delta\sigma_{\text{TB}}$是孪晶界贡献的强度差, H等是上述相应下标所代表的物质的硬度.

图27[49]给出了不同固溶处理温度对合金拉伸屈服强度的影响及各种强化方式对合金强度的贡献. 从式(4)及图27可以看出, 合金的拉伸屈服强度值主要由3部分组成: 图中的2区域即$\Delta\sigma_{\text{sol}} + \Delta\sigma_{\gamma'\text{III}}$代表固溶强化和三次$\gamma'$沉淀强化; 图中的3区域即$\Delta\sigma_{\gamma'\text{II}}$代表二次$\gamma'$沉淀强化; 图中的4区域即$\Delta\sigma_{\gamma'\text{I}} + \Delta\sigma_{\text{GB}} + \Delta\sigma_{\text{TB}}$代表一次$\gamma'$沉淀强化、晶界强化及孪晶界强化. 从图26也可以看出, 随固溶温度升高, 合金晶粒尺寸增大, 根据Hall-Petch关系, 晶界强化能力降低, 同时由于一次γ'体积分数较低, 对强化贡献不明显, $\Delta\sigma_{\gamma'\text{I}} + \Delta\sigma_{\text{GB}} + \Delta\sigma_{\text{TB}}$降低. 在高于$\gamma'$溶解温度固溶处理时, 这部分贡献几乎降低至零. 同时, $\Delta\sigma_{\gamma'\text{II}}$的贡献随固溶温度升高逐渐升高, 在接近$\gamma'$溶解温度时达到最大值, 相当于单晶高温合金TMS-4M3的强度. $\Delta\sigma_{\text{sol}} + \Delta\sigma_{\gamma'\text{III}}$同样随固溶温度升高有所提高, 而由于$\Delta\sigma_{\text{sol}}$不随温度变化, 三次$\gamma'$相体积分数有所提高, 因此导致$\Delta\sigma_{\text{sol}} + \Delta\sigma_{\gamma'\text{III}}$升高. 因此, TMW-4M3合金的最佳固溶处理温度应在1130~1140 ℃之间, 同时可根据性能需求, 利用不同的时效处理制度, 获得具有较佳分布特征的二次和三次γ'相. 本结果揭示了变形高温合金强化的主要因素, 对选取合金固溶温度和后续时效处理制度具有指导作用.

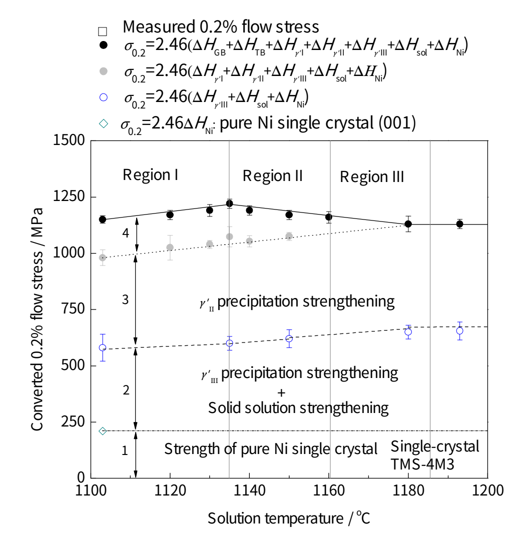


图27 TMW-4M3合金中热处理温度对不同强化方式的影响[49]

Fig.27 Contribution of each factor to the strength of TMW-4M3 alloys[49] (ΔH_{GB}—grain boundary hardening, ΔH_{TB}—annealing twin boundary hardening, $\Delta H_{\gamma'\text{I}}$—primary γ' hardening, $\Delta H_{\gamma'\text{II}}$—secondary γ' hardening, $\Delta H_{\gamma'\text{III}}$—tertiary γ' hardening, ΔH_{sol}—solid solution hardening, ΔH_{Ni}—Vickers hardness of pure Ni single crystal (001))

5 总结

(1) 新型铸锻TMW合金选用的合金元素与U720Li合金相同, 但Co含量为20%~31%, Ti含量为5.1%~7.4%, 高于U720Li合金和现有商用的涡轮盘用Ni基高温合金.

(2) 与U720Li合金相比, 新型铸锻TMW合金具有较高的拉伸强度、蠕变强度和抗低周疲劳变形能力以及抗裂纹扩展能力, 承温能力比U720Li提高50 ℃以上, 接近粉末变形高温合金ME3 (Rene104)的水平.

(3) 新型铸锻TMW合金拉伸变形时存在反相畴界(APB)切割和层错切割2种机制并由临界温度和临界三次γ'相体积分数决定何者主导. 当变形温度或者三次γ'相体积分数在临界值以下时, 合金的变形机制以APB切割为主, 反之以层错切割为主.

(4) 新型铸锻TMW合金的蠕变变形机制主要包括: 在蠕变第一阶段, 变形与Orowan绕过和APB切割尺寸较小的γ'相有关, 层错能的变化对变形机制影响较小; 在蠕变第二阶段或蠕变变形量较大时, 层错能变化对合金蠕变变形行为影响较大, 合金的稳态蠕变速率随层错能的降低而降低, 蠕变寿命增加.

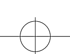
(5) 新型铸锻TMW在300~550 ℃温度区间存在常规动态应变时效和反常动态应变时效两种现象, 反常动态应变时效的产生与堆垛层错(SF)有关.

参考文献

[1] Guo J T. *Materials Science and Engineering for Superalloy*. Vol.3, Beijing: Science Press, 2010: 650
(郭建亭. 高温合金材料学(下册). 北京: 科学出版社, 2010: 650)

[2] Jiang H F. *Gas Turbine Experiment Res*, 2002; 15(4): 1
(江和甫. 燃气涡轮试验与研究, 2002; 15(4): 1)

[3] Reed R C. *The Superalloys Fundaments and Application*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006: 259



[4] Gu Y F, Cui C Y, Harada H, Fukuda T, Ping D H, Mitsuhashi A, Kato K, Kobayashi T, Fujioka J. In: Reed R C, Green A K, Caron P, Gabb T P, Fahrmann M G, Huron E S, Woodard S A eds., *Superalloy 2008*, Pittsburgh: TMS, 2008: 53
[5] Cao W D. In: Green K A, Pollock T M, Harada H Howson T E, Reed R C, Schirra J J, Walston S eds., *Superalloys 2004*, Pittsburgh: TMS, 2004: 91
[6] Reed R C, Jackson M, Na Y S. *Metall Mater Trans*, 1999; 30A: 521
[7] Gabb T P, Telesman J, Kantzos P T, O'Connor K. *Characterization of the Temperature Capabilities of Advanced Disk Alloy ME3*. Washington: National Aeronautics and Space Administration, NASA/TM-2002-211796, 2002
[8] Gu Y F, Fukuda T, Cui C Y, Harada H, Mitsuhashi A, Yokokawa T, Fujioka J, Koizumi Y, Kobayashi T. *Metall Mater Trans*, 2009; 40A: 3047
[9] Yokokawa T, Gu Y F, Cui C Y, Koizumi Y, Fujioka J, Harada H, Fukuda T, Mitsuhashi A. *JIM*, 2010; 74: 221
[10] Gu Y F, Harada H, Cui C Y, Ping D H, Sato A, Fujioka J. *Scr Mater*, 2006; 55: 815
[11] Cui C Y, Gu Y F, Harada H, Sato A. *Metall Mater Trans*, 2005; 36A: 2921
[12] Guard R, Westbrook J. *Trans Am Inst Mining Metall Eng*, 1959; 215: 807
[13] Takasugi T, Takazawa M, Izumi O. *J Mater Sci*, 1990; 25: 4239
[14] Suzuki T, Oya Y, Ochiai S. *Metall Trans*, 1984; 15: 173
[15] Aoki K, Wang X M, Memezawa A, Masumoto T. *Mater Sci Eng*, 1994; A179: 390
[16] Cui C Y, Gu Y F, Ping D H, Harada H. *Intermetallics*, 2008; 16: 910
[17] Guo J T. *Materials Science and Engineering for Superalloy*. Vol.2, Beijing: Science Press, 2010: 663
(郭建亭. 高温合金材料学(中册). 北京: 科学出版社, 2010: 663)
[18] Cui C Y, Gu Y F, Harada H, Ping D H, Sato A. *Metall Mater Trans*, 2006; 37A: 3183
[19] Cui C Y, Gu Y F, Ping D H, Harada H, Fukuda T. *Mater Sci Eng*, 2008; A485: 651
[20] Cui C Y, Gu Y F, Ping D H, Harada H. *Metall Mater Trans*, 2009; 40A: 282
[21] Ping D H, Cui C Y, Gu Y F, Harada H. *Ultramicroscopy*, 2007; 107: 791
[22] Cui C Y, Gu Y F, Ping D H, Fukuda T, Harada H. *Mater Trans*, 2008; 49: 424
[23] Xu L, Cui C Y, Sun X F. *Mater Sci Eng*, 2011; A528: 7851
[24] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y, Osada T, Zhong Z H, Tetsui T, Yokokawa T, Harada H. *J Mater Res*, 2011; 26: 2833
[25] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y, Osada T, Yokokawa T, Harada H. *Adv Eng Mater*, 2011; 13: 296
[26] Fukuda T, Mitsuhashi A, Kato K, Gu Y F, Harada H. *J Gas Turbine Soc Jpn*, 2007; 35(3): 132
[27] Williams J C, Starke E A. *Acta Mater*, 2003; 51: 5775
[28] Osada T, Gu Y F, Yokokawa T, Harada H. *JIM*, 2010; 74: 279
[29] Osada T, Gu Y F, Yuan Y, Yokokawa T, Harada H. *JIM*, 2010; 74: 688
[30] Zhong Z H, Gu Y F, Yuan Y, Osada T, Cui C Y, Yokokawa T, Tetsui T, Harada H. *Metall Mater Trans*, 2012; 43A: 1017
[31] Yuan Y, Gu Y F, Zhong Z H, Osada T, Yokokawa T, Harada H. In: Huron E S, Reed R C, Hardy M C, Mills M J, Montero R E, Telesman J eds., *Superalloy 2012*, Pittsburgh: TMS, 2012: 35
[32] Yuan Y, Gu Y F, Zhong Z H, Osada T, Yokokawa T, Harada H. *Scr Mater*, 2012; 67: 137
[33] Cui C Y, Gu Y F, Yuan Y, Harada H. *Scr Mater*, 2011; 64: 502
[34] Cui C Y, Jin T, Sun X F. *J Mater Sci*, 2011; 46: 5546
[35] Tian C G, Cui C Y, Xu L, Gu Y F, Sun X F. *J Mater Sci Technol*, 2013; 29: 873
[36] Cai Y L, Tian C G, Fu S H, Han G M, Cui C Y, Zhang Q C. *Mater Sci Eng*, 2015; A638: 314
[37] Xu Y J, Qi D Q, Du K, Cui C Y, Ye H Q. *Scr Mater*, 2014; 87: 37
[38] Gu Y F, Cui C Y, Ping D H, Harada H, Fukuda T, Fujioka J. *Mater Sci Eng*, 2009; A510-511: 250
[39] Yuan Y, Gu Y F, Cui C Y, Osada T, Tetsui T, Yokokawa T, Harada H. *Mater Sci Eng*, 2011; A528: 5106
[40] Yuan Y, Gu Y F, Zhong Z H, Osada T, Cui C Y, Tetsui T, Yokokawa T, Harada H. *J Microscopy*, 2012; 248: 34
[41] Tian C G, Han G M, Cui C Y, Sun X F. *Mater Des*, 2014; 64: 316
[42] Tian C G, Cui C Y, Sun X F. *Metall Mater Trans*, 2015; 46A: 4601
[43] Xu L, Chu Z K, Cui C Y, Gu Y F, Sun X F. *Acta Metall Sin*, 2013; 49: 863
(徐 玲, 储昭贶, 崔传勇, 谷月峰, 孙晓峰. 金属学报, 2013; 49: 863)
[44] Zhang Z J, Zhang P, Li L L, Zhang Z F. *Acta Mater*, 2012; 60: 3113
[45] Zhong Z H, Gu Y F, Yuan Y, Yokokawa T, Harada H. *Mater Sci Eng*, 2012; A552: 434
[46] Zhong Z H, Gu Y F, Yuan Y, Cui C Y, Yokokawa T, Harada H. *Mater Sci Eng*, 2012; A552: 464
[47] Zhong Z H, Gu Y F, Yuan Y, Cui C Y, Yokokawa T, Harada H. *J Mater Sci*, 2011; 46: 7573
[48] Osada T, Nagashima N, Gu Y F, Yuan Y, Yokokawa T, Harada H. *Scr Mater*, 2011; 64: 892
[49] Osada T, Gu Y F, Nagashima N, Yuan Y, Yokokawa T, Harada H. *Acta Mater*, 2013; 61: 1820

(责任编辑:罗艳芬)